

W/410

Patent number: JP2003151478  
Publication date: 2003-05-23  
Inventor: KAJI KAZUTOSHI; AOYAMA TAKASHI; TAYA TOSHIMICHI; ISAGOZAWA SHIGETO  
Applicant: HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORP  
Classification:  
- international: H01J37/147; G01N23/02; G21K5/04; H01J37/28  
- european:  
Application number: JP20010346019 20011112  
Priority number(s):

[View INPADOC patent family](#)

---

#### Abstract of JP2003151478

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide accurate and reliable electron energy loss spectrum measuring device capable of measuring electron energy loss spectrum and THEM or STEM provided with the same.  
**SOLUTION:** A peak of spectrum is detected by an electron beam detector, a gap amount of the peak position from a reference position on the electron beam detector is detected, and the gap amount is corrected by using a control device controlling an electron beam position on the electron beam detector. Electron energy loss spectrum is measured while controlling the correction of a gap amount between an electron beam position on a sample and a peak position of a spectrum and spectrum measurement by the electron beam detector. An accurate electron energy loss spectrum is acquired with an electron microscope provided with the electron energy loss spectroscope.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-151478  
(P2003-151478A)

(43) 公開日 平成15年 5月23日 (2003. 5. 23)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
H 0 1 J 37/147		H 0 1 J 37/147	A 2 G 0 0 1
G 0 1 N 23/02		G 0 1 N 23/02	5 C 0 3 3
G 2 1 K 5/04		G 2 1 K 5/04	M
H 0 1 J 37/28		H 0 1 J 37/28	C

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2001-346019 (P2001-346019)

(22) 出願日 平成13年11月12日 (2001. 11. 12)

(出願人による申告) 国等の委託研究の成果に係る特許  
出願 (産業再生法第30条の適用を受けるもの)

(71) 出願人 501387839

株式会社日立ハイテクノロジーズ  
東京都港区西新橋一丁目24番14号

(72) 発明者 鍛示 和利

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者 青山 隆

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
式会社日立製作所日立研究所内

(74) 代理人 100068504

弁理士 小川 勝男 (外1名)

最終頁に続く

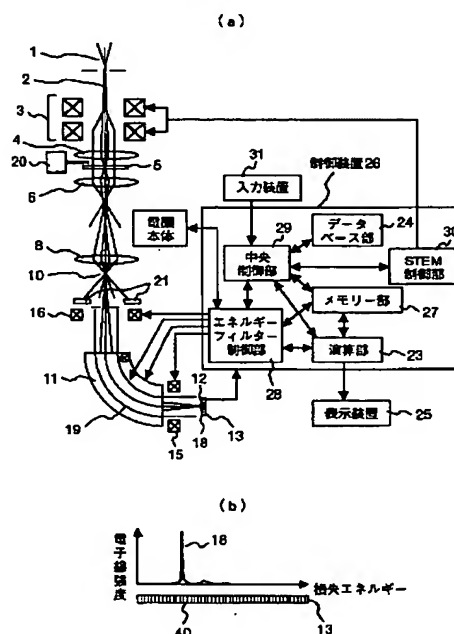
(54) 【発明の名称】 電子エネルギー損失分光装置、及びそれを備えた電子顕微鏡、及び電子エネルギー損失スペクトル測定方法

(57) 【要約】

【課題】 高精度で高確度の電子エネルギー損失スペクトルを測定できる電子エネルギー損失スペクトル測定装置及び、それを備えたTEMもしくはSTEMを提供すること。

【解決手段】 電子線検出器でスペクトルのピークを検出し、そのピーク位置が電子線検出器上の基準位置からずれたずれ量を検出し、電子線検出器上の電子線位置を制御する制御装置を用いて、ずれ量を補正する。また、試料上の電子線位置と、スペクトルのピーク位置のずれ量の補正と、電子線検出器によるスペクトル測定とを制御しながら、電子エネルギー損失スペクトルを測定する。電子エネルギー損失スペクトル装置を備えた電子顕微鏡において、高精度な電子エネルギー損失スペクトルを取得できる。

図 1



# 【特許請求の範囲】

【請求項1】電子線を発生する電子線源と、電子線を試料上で走査する電子線走査部と、試料に前記電子線を収束させる対物レンズとを備えた電子顕微鏡に、複数のビクセルより構成され、試料を透過した電子線を測定する電子線検出器と、試料上の電子線位置を制御する電子線位置制御部と、前記電子線検出器に入射する前記電子線位置を制御するエネルギーフィルタ制御部と、演算部と、前記電子線位置制御部と前記エネルギーフィルタ制御部と前記演算部を制御する中央制御部で構成される制御装置を備えた電子線エネルギー損失スペクトル測定装置において、前記電子線位置制御部で試料上の電子線位置を変更した後、前記電子線検出器で測定したスペクトル上に現われたピーク位置を前記電子線検出器のピークビクセル位置として検出し、前記電子線検出器で基準位置と定めた基準ビクセル位置と、前記ピークビクセル位置との位置ずれ量を検出し、前記位置ずれ量を、前記電子線検出器に入射する電子線の位置を制御する制御因子に変換し、前記制御因子を基に前記位置ずれ量を補正する制御装置を備えたことを特徴とする電子線エネルギー損失スペクトル測定装置。

【請求項2】請求項1記載の電子線エネルギー損失スペクトル測定装置において、前記電子線検出器で測定されたスペクトルを記憶するメモリー部と、分析対象の元素の電子線エネルギー損失スペクトル測定を行うためのデータを記憶するデータベース部とを有する制御装置を備えたことを特徴とする電子線エネルギー損失スペクトル測定装置。

【請求項3】エネルギー損失スペクトルの電子線強度が最大のピークを検出し、電子線強度が最大のピーク位置が、電子線検出器で定めた基準位置からずれた量を検出し、そのずれ量を補正する処理と、エネルギー損失スペクトルを測定する処理と、試料上の電子線位置を制御する処理とを行いながら、試料上の2ヶ所以上の場所で電子エネルギー損失スペクトルを測定する方法。

# 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は電子エネルギー損失スペクトル測定装置、透過型あるいは走査透過型電子顕微鏡および電子エネルギー損失スペクトル測定方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体デバイスや磁気ヘッド素子の微細化、小型化により、素子はサブミクロン程度の領域に数nm（ナノメートル）の薄膜を積層した構造となっている。このような微小領域の構造、元素分布、結晶構造、化学結合状態は、半導体素子や磁気ヘッド素子の特性を大きく左右するようになっているため、微小領域を分析することが重要である。

【0003】微小領域の観察方法としては、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope：SEM）、透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope：TEM）、走査透過型電子顕微鏡（Scanning Transmission Electron Microscope：STEM）がある。

【0004】ナノメートルレベルの空間分解能を有しているのはTEMとSTEMである。TEMは試料にほぼ平行に電子線を照射し、透過した電子線をレンズなどで拡大する装置である。一方STEMは微小領域に電子線を収束し、電子線を試料上で2次元に走査しながら、透過した電子線の強度を測定し、2次元画像を取得する装置である。

【0005】TEMあるいはSTEMにおいて、電子線が試料を透過する際に、試料を構成する元素との相互作用により、元素（電子構造）固有のエネルギー損失を生ずる。試料を透過した電子を電子分光器によりエネルギー分析する電子エネルギー損失分光法（Electron Energy Loss Spectroscopy：EELS）は、試料内の元素分析を行うことができる分析方法である。

【0006】さらに、同一元素においてもその元素の化学結合状態の違いは、特に元素の電子構造の違いを反映して、数eV程度のエネルギーシフトとして現われる。これまで、これらの分析装置としては、TEMもしくはSTEMと平行検出型の電子エネルギー損失分光器（Electron Energy Loss Spectrometer：EELS）を組み合わせた方法が広く用いられている。

【0007】STEM内において、試料を透過した電子線は、対物レンズ、投影レンズ、入射絞りを通ってEELS装置に入る。EELSは扇型の磁場セクターを電子分光器とし、その前後に4重極電磁レンズと6重極電磁レンズを配置し、最下流にパラレル型の電子線検出器を持つ構造としている。

【0008】4重極電磁レンズは電子エネルギー損失スペクトルのフォーカスの調整と、電子エネルギー損失スペクトルの拡大に用いる。6重極電磁レンズは電子線検出器に投影される電子エネルギー損失スペクトルの収差を低減するために用いる。4重極電磁レンズで拡大した電子エネルギー損失スペクトルを電子線検出器に投影し、広いエネルギー範囲の電子エネルギー損失スペクトルを測定する。

【0009】電子線検出器は、電子線を受けて蛍光を発する蛍光体と、それを受光できる複数のビクセルで構成された素子で構成される。あるいは、電子線を受けることができる複数のビクセルで構成された検出器である。各ビクセルに入射した蛍光、もしくは、電子線強度から電子エネルギー損失スペクトルを測定することができる。

【0010】EELSの構造に関する先行技術としては、例えば、米国特許第4,743,756号公報、特開平7-21966号公報、特開平7-21967号公報、特開平7-29544号

公報等がある。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】従来のSTEMとEELSを組み合わせた分析装置では、ユーザーが(1)測定場所の指定→(2)元素、もしくは、測定するエネルギー範囲の指定→(3)電子エネルギー損失スペクトルをEELSで測定する→(1)の繰り返し操作を全ての測定点で行う必要がある。あるいは、予め測定場所を指定し、その場所を電子線走査を制御する制御装置に記憶させた後、上記操作(2)→(3)を行う。

【0012】このとき、外界の電磁場の影響や試料上の電子線位置によって電子線の軌道が変化すると、同一エネルギーの電子線でも電子線検出器に入射するピクセル位置が変化し、電子エネルギー損失スペクトルのエネルギー精度及び確度が劣化するという問題があった。

【0013】特に、試料上の複数箇所の電子エネルギー損失スペクトルを測定する場合、電子エネルギー損失スペクトルのエネルギー精度や確度が劣化すると、次のような問題がある。

【0014】図10(c)と(d)は試料上の複数箇所の電子エネルギー損失スペクトルを測定した場合、スペクトルの確度が劣化する例を示した図である。例えば、試料が材料A(構成元素; A)/構成元素が未知の材料(但し、実際は構成元素; Bとする)/材料C(構成元素; C)の積層構造であり、図10(a)に示すように材料A→材料B→材料Cの各材料上を連続して測定する場合である。

【0015】材料A, B, Cはそれぞれ電子エネルギー損失スペクトルには、外界の電磁場等の影響が無ければ、図10(b)に点線で示すエネルギー位置a, b, cにピークが現われる。構成元素が未知の材料B場合でも、エネルギーピーク位置より、その材料が元素Bで構成されていることが判断できる。

【0016】しかし、材料Aから順次測定の際に、材料B上で電子線を保持して測定中に、もし外界の電磁場の影響でエネルギーがシフトした場合、図10(c)に示すように、材料Bのスペクトルはシフトする。あるいは、試料上の電子線位置が異なることにより、同じエネルギーの電子線が電子線検出器の異なる位置(ピクセル)に入射する場合には、図10(d)に示すようにスペクトルが変化する。

【0017】このようにして測定した各測定点でのスペクトルに基づいて、材料Bの元素を同定すると、誤った結果を得ることになるといった問題がある。これを解決する先行技術としては、例えば、特開2000-113854号公報がある。しかし、上記の問題に対して解決することができない。

【0018】したがって、以上の課題を解決するためには、試料上の電子線位置を移動した後にエネルギー補正を行ない、電子エネルギー損失スペクトルを測定するこ

とが不可欠である。

【0019】本発明の目的は、TEMもしくはSTEMとEELSとを組み合わせた装置で、高精度、高確度の電子エネルギー損失スペクトル測定装置および方法を提供することにある。

【0020】

【課題を解決するための手段】本発明は、複数のピクセルより構成され、試料を透過した電子線のスペクトルを測定する電子線検出器と、電子線検出器に入射する電子線の位置を制御する制御装置を備えたEELS装置において、試料上の電子線位置を移動した後に、分散が既知のスペクトルを電子線検出器で測定し、電子線検出器で測定したスペクトル上に現われたピークのピクセル位置と、電子線検出器で基準位置と定めた基準ピクセル位置との位置ずれピクセル量を検出し、スペクトルの分散に基づいて位置ずれピクセル量を、電子線の位置を制御する制御因子、例えば電圧値や電流値に変換し、制御因子を基に位置ずれ量を補正する制御装置を備えたことを特徴とする。

【0021】また、本発明の電子エネルギー損失スペクトル測定方法の特徴は、試料上の電子線位置を制御するSTEM制御部と、電子線検出器上のスペクトルのピーク位置を補正するピーク位置制御装置を備えたEELS装置を用いて、試料上の電子線位置を移動した後にスペクトルのピーク位置ずれ量を補正する操作を行い、電子エネルギー損失スペクトルを測定することで高精度のスペクトルを測定することである。

【0022】また、本発明のEELSを備えたSTEMもしくはTEMの特徴は、電子線検出器でスペクトルを測定しその結果を記憶するメモリ部と、分析対象となる元素のコアロスまたはプラズモンロスエネルギーのデータベースや測定条件等を記憶するデータベース部と、電子線検出器上のピーク位置を制御するエネルギーフィルター制御部と、試料上の電子線位置を制御するSTEM制御部と、スペクトルのピーク位置ずれ量を補正し、スペクトル測定とピーク位置制御操作を制御する中央制御部を有する制御装置を備えたことである。

【0023】また、試料の測定箇所を順次変えながら電子エネルギー損失スペクトル測定方法において、本発明はエネルギー補正後にスペクトル測定を行い、その後測定箇所を変え、再びエネルギー補正を行った後スペクトルを測定するといった操作を繰り返し行うことを特徴とする。この方法により、試料の複数箇所を測定する場合においても高精度、高確度に電子エネルギー損失スペクトル測定ができる。

【0024】また、本発明は、ゼロロスを検出し、エネルギー補正を行うための電子線検出器と、電子エネルギー損失スペクトル測定を行う電子線検出器の少なくとも2個の電子線検出器で構成されたEELS装置であることが特徴である。

## 【0025】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して、本発明の実施の形態を説明する。

【0026】図1は、本発明の実施例によるEELS装置を備えた走査透過型電子顕微鏡（本書では、電顕とも称す。）の主要部分の概略構成図である。図1では、電子線源1からZコントラスト検出器21までを、電顕本体として記載し、フォーカス調整用電磁レンズ16から電子線検出器13までの部分をEELS装置として記載している。

【0027】電子線源1は、例えば、冷陰極電界放出型の電子線源を用いることができる。電子線源1で発生した電子線2は、電子線走査コイル3で偏向される。偏向された電子線2は、対物レンズ上部磁場4により試料5面で収束し、試料面上を走査する。試料を透過した電子線は、対物レンズや投影レンズでレンズ作用を受けた後、物点10が形成される。

【0028】この物点10を光源とした電子線は、下流に設置された、扇型の磁場セクター11に入射する。磁場セクター11を構成している磁石の磁場は図1の紙面に垂直な磁場空間を形成する。磁場セクター11に入射した電子線は90°偏向させると共に、エネルギー分光され、エネルギー分散面12にフォーカスする。本実施例では、エネルギー分散面12は電子線検出器13の上にある。

【0029】本実施例では、エネルギー分散面12上に形成されるスペクトルは、磁場セクター11の電子線の回転半径が100mmの場合、1eV/ $\mu\text{m}$ 程度になる。これを拡大磁場レンズ15で100倍に拡大する。このとき拡大磁場レンズ15のフォーカス位置をエネルギー分散面12と一致させるためにフォーカス調整用電磁レンズ16の磁場を調整する。

【0030】これにより、電子線検出器13上に投影される電子エネルギー損失スペクトル18は0.01eV/ $\mu\text{m}$ となる。25 $\mu\text{m}$ /チャンネルのマルチチャンネルプレートアレイを電子線検出器13として用いれば0.25eV/チャンネルとなる。

【0031】制御装置26は、中央制御部29、エネルギーフィルタ制御部28、演算部23、データベース部24、メモリー部27、STEM電子線位置制御部30で構成され、操作者が測定条件等を入力する入力装置31と、スペクトルや電子顕微鏡像及び元素分布像等を表示する表示装置25が制御装置26に接続している。

【0032】（電子エネルギー損失スペクトル測定）以下に、スペクトル測定時の制御装置26内の動作について説明する。操作者が入力装置31を使って、観測したい元素を入力すると、中央制御部29はデータベース部24から該当する元素情報を引き出し、元素情報に含まれる各元素固有の測定条件をエネルギーフィルタ制御部28に出力する。エネルギーフィルタ制御部28では、

測定条件に基づきフォーカス調整用磁場レンズ16、拡大磁場レンズ15、ドリフトチューブ19、磁場セクター11を制御し、元素固有のエネルギーを含むエネルギー範囲の電子線が電子線検出器13に入射させる。

【0033】電子線検出器13の各チャンネル毎の電子線強度信号が、電子エネルギー損失スペクトルである。電子線検出器13からの電子線強度信号は演算部23に入力し、演算部23内ではスペクトルのバックグラウンド補正や電子線検出器のゲイン補正等を行う。演算後のスペクトルはメモリー部27に記憶され、かつ表示装置25で表示される。このような一連の処理によって操作者はスペクトルを取得することができる。

【0034】（スペクトルのエネルギー補正）高感度のスペクトルを取得するためには、電子線検出器13の露光時間（電子線を取り込む時間）は長くなる。例えば、窒素のK殻電子を励起するためにエネルギーを損失した電子による電子エネルギー損失スペクトルを取得するための露光時間は約5秒を要する。もし、露光時間内にスペクトルのエネルギーがシフトした場合、スペクトルのエネルギー補正が必要である。

【0035】スペクトルのエネルギーシフトとは、外部磁場等の外乱により電子顕微鏡やエネルギーフィルタ内の電子の軌道が乱れ、同一エネルギーを有する電子が電子線検出器13の異なるチャンネル位置に入射するために、測定したスペクトルの形状はそのまま、エネルギー値がシフトすることである。本実施例の場合、このようなエネルギーシフトを補正しながらスペクトル測定を行う。スペクトル測定手順の概略は、（1）操作者が測定条件を入力する。（2）測定条件に従い、決められた露光時間内で電子エネルギー損失スペクトルを測定する。（3）ゼロロス電子のピーク、もしくは既知元素の内殻電子励起ピークを使ってエネルギー補正を行う。ゼロロス電子とは、試料を透過した電子線の中でも、入射した電子線と同じエネルギーを有する電子のことである。（4）再び（2）に戻り測定を続ける。つまり、（1）→（2a）→（3a）→（2b）→（3b）→と連続して測定を行う。以下に各手順の詳細を説明する。

【0036】（1）まず、操作者は入力装置31を使って、観測したい元素とエネルギー補正をするタイミング、例えば補正を行う時間間隔あるいは測定点間隔等を入力する。（2a）上記の電子エネルギー損失スペクトル測定で説明したように、中央制御部29とデータベース部24とエネルギーフィルタ制御部28を動作させ、元素固有のエネルギーを含むエネルギー範囲の電子線を電子線検出器13に入射させる。

【0037】操作者が指定した露光時間とエネルギー補正をするタイミングから算出される時間だけ、電子線検出器13は電子線を取り込む。取り込まれた電子線強度信号は演算部23に入力し、演算部内ではスペクトルのバックグラウンド補正や電子線検出器13のゲイン補正の

補正を行う。

【0038】演算後のスペクトルはメモリ部27に記憶され、表示装置25に表示される。(3a)ゼロロス電子のピークを使ってエネルギー補正をする場合について説明する。エネルギーフィルタ制御部28によって電子線源1、あるいはドリフトチューブ19の電圧を調整し、ゼロロス電子のピークが電子線検出器13上に操作者が決めたエネルギー基準位置(基準ピクセル位置とも呼ぶ、詳細は後述参照。)付近に現れるようにし、その電子線強度を電子線検出器13で測定する。

【0039】ゼロロス電子のピークをエネルギー基準位置付近に現れるように調整する条件とは、外乱がない場合ゼロロス電子のピークがエネルギーの基準位置に一致する条件を言う。測定した電子線強度信号を演算部23に入力し、演算部23では基準ピクセル位置とゼロロス電子のピーク位置とのずれ量を計測し、そのずれ量がゼロになるようにエネルギーフィルタの電子線源1、あるいはドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11、あるいは、電子線位置を制御可能なものを制御する条件を算出する。算出された条件は中央演算部29に送られ、中央演算部29からエネルギーフィルタ制御部28に制御信号が入力される。

【0040】その結果、電子顕微鏡やエネルギーフィルタ内の電子の軌道が修正され、スペクトルのエネルギー補正が完了する。その後上記(2a)と同じ操作(2b)を行い、測定を続ける。

【0041】(3')元素固有の内殻電子の励起により現れるピークを使ってエネルギー補正をする場合について説明する。この場合の測定手順は、(1)→(2a)→(2b)→(3b')→(2c)→(3c')→(2d)→と連続する。

【0042】特に、(3b')での操作について以下説明する。(2b)で測定した電子線強度信号(Ibとする)を演算部23に入力する。演算部23には(2a)で測定した電子線強度信号(Iaとする)をメモリ部27より入力し、IbのスペクトルをIaのスペクトルと比較し、計測する元素固有のピーク位置のずれ量を計測する。

【0043】そのずれ量がゼロになるようにエネルギーフィルタの電子線源1、あるいはドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11、あるいは、電子線位置を制御可能なものを制御する条件を算出する。算出された条件は中央演算部29に送られ、中央演算部29からエネルギーフィルタ制御部28に制御信号が入力される。その結果、電子顕微鏡やエネルギーフィルタ内の電子の軌道が修正され、スペクトルのエネルギー補正が完了する。その後上記(2a)と同じ操作(2c)を行い、測定を続ける。このような一連の処理によって操作者は、エネルギー補正をしたスペクトルを取得することができる。

【0044】(電子線検出器13上のエネルギーの基準位置)電子線検出器13は複数のチャンネルで構成されており、そのチャンネル数は例えば1024、あるいはそれ以上でもそれ以下でもよい。エネルギー分散面12上に形成される電子エネルギー損失スペクトル18において、ゼロロス電子はピークとして測定される。

【0045】エネルギー分散面12上に形成される電子エネルギー損失スペクトル18と、電子線検出器13の位置関係を図1(b)に示す。通常、透過電子顕微鏡用試料の膜厚は薄く、例えばその膜厚が100nmもしくはそれ以下の場合、ゼロロス電子によるピーク強度は、電子エネルギー損失スペクトル18の中で最大となる。

【0046】また、ゼロロス電子はエネルギー損失がゼロであるため、エネルギー損失を横軸に、電子線強度を縦軸として電子エネルギー損失スペクトル18を描くと、図1(b)のように、ゼロロス電子のピーク位置は、横軸のゼロ点となり、エネルギーの基準位置となる。本実施例の場合、予め操作者が電子線検出器13のエネルギーの基準位置、即ち基準ピクセル位置40(基準チャンネル位置とも呼ぶ)を決める(図1(b)参照)。基準ピクセル位置は電子線検出器13上であれば特に制約はない。

【0047】しかし、電子エネルギー損失スペクトル18を測定することを考慮すると、電子線検出器13で検出する電子エネルギー損失スペクトル18の高エネルギー側に基準ピクセル位置40を設定する方が、電子エネルギー損失スペクトル18を広い損失エネルギー範囲で測定できる。その基準ピクセル位置40にゼロロス電子のピークを移動させる。

【0048】移動させる手段は、電子線源1、あるいはドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11を用いて制御する。しかし、本実施例の場合後で詳細に記載するが、操作者は入力装置31の1つのボタンあるいはキーを選択するだけで良く、その後のゼロロスピークの移動は制御装置26により自動で行う。このような操作を行うことで、電子エネルギー損失スペクトル測定における自動エネルギー零点補正が完了する。

【0049】そして、エネルギー零点補正完了後に電子エネルギー損失スペクトル18を測定すると、常に同一チャンネルで検出した電子線は同一エネルギーを有することとなる。次に、エネルギー損失量が多い元素の電子エネルギー損失スペクトルを測定する場合のエネルギー基準位置について述べる。電子線検出器13が1024チャンネルで構成され、電子エネルギー損失スペクトル18の分散、つまり、1チャンネル当たりで検出するエネルギー幅が、例えば0.25eV/チャンネルの場合、電子線検出器13で検出可能なエネルギー範囲は256eVである。

【0050】試料を透過した電子は、試料構成原子の内殻電子を励起することでエネルギーを損失するが、その

損失エネルギーが256 eV以上の元素（例えば、窒素のK殻電子の励起によるエネルギー損失は400 eV、酸素のK殻では532 eV）を測定する場合、ゼロロス電子のピークは電子線検出器13より外側に移動する。

【0051】図1（b）の場合、紙面の電子線検出器13の左側に移動する。計測する元素が窒素の場合、前述のエネルギー零点補正を実施後、ドリフトチューブ19の電圧を400 eVだけ加算して印可すると、基準ピクセル位置40に入射する電子のエネルギーは400 eVとなる。この操作後に測定される電子エネルギー損失スペクトルは、基準ピクセル位置40の損失エネルギーが400 eVとなり、窒素のK殻電子の励起によるピークを含む電子エネルギー損失スペクトルである。

【0052】これら一連の操作は、操作者は計測する元素を選択し、測定開始を指示するだけで良く、その他の操作は制御装置により自動で行われる。その詳細は後で述べる。

【0053】次に、本実施例を用いた電子エネルギー損失スペクトル測定を行う方法の実施例を述べる。

【0054】図2を用いて、電子エネルギー損失スペクトル測定を行うための処理の一例を示す。

【0055】従来、操作者は試料を走査透過型電子顕微鏡（STEM）にセットし、STEMの光軸を調整後、（1）試料上の分析箇所を指定し、（2）スペクトルのフォーカスを調整し、（3）スペクトルのエネルギー零点補正を行い、（4）分析元素あるいは測定するエネルギー範囲を指定した後、（5）スペクトル測定を行っていた。

【0056】本発明の実施例では、操作者は試料を走査透過型電子顕微鏡（STEM）にセットし、STEMの光軸を調整後、（1）試料上の分析箇所を指定し、

（2）分析元素あるいは測定するエネルギー範囲の指定処理に関与すれば良く、その他の処理、（3）スペクトルのフォーカス調整、（4）スペクトルのエネルギー零点補正、（5）測定する元素に対応した測定条件の調整、即ち、EELSテーブルに基づきドリフトチューブ19の電圧調整や拡大磁場レンズ15の電流調整、（6）スペクトルのエネルギー補正処理と（7）スペクトル測定を、操作者の指示に従い制御装置26の制御下で行う。これらの操作を行うためには、本実施例の場合、入力装置31のモニター画面には（1）自動フォーカス選択用のボタン、（2）スペクトルのゼロロス電子のピークを自動で検出し、スペクトルのエネルギー零点補正を自動で行うためのボタン、（3）分析元素を指定するために、アイコン等に元素記号等が表示されたボタン、（4）スペクトルのエネルギーシフト補正を選択するボタンが選択可能な状態であればよく、例えばモニター上に各操作を図示するアイコンが表示される。

【0057】特に、自動フォーカス用ボタンやエネルギー零点自動補正用ボタンの表示は本実施例の装置の特徴

である。制御装置26の制御下で行う各種自動処理について以下に説明する。

【0058】（スペクトルの自動フォーカス）STEMの光軸調整により、ゼロロス電子は電子線検出器13上に入射する。しかし、スペクトルのフォーカスが未調整であると、ゼロロス電子のピークの半値幅が広がり、図3に示すような形状となる。

【0059】本実施例では、操作者は入力装置31のモニター画面に表示された自動フォーカス調整用ボタンを選択すると、自動でスペクトルのフォーカス調整が完了する。自動フォーカス調整の基本原理は次の通りである。フォーカス調整用電磁レンズ16の磁場強度を逐次変化させながら、電子線検出器13でゼロロス電子を検出する。逐次変化させた磁場強度の中で、ゼロロス電子によるピークの半値幅が最も小さい条件、あるいは、かつゼロロス電子のピーク強度が最も大きい条件を選び出し、その磁場強度を以ってスペクトルのフォーカス最適条件とする。

【0060】上記原理を実現するために制御装置26では、図4に示すように、次の処理を行う。（1）操作者からの自動フォーカス調整が入力装置31から選択されると、（2）中央制御部29では、フォーカス調整用電磁レンズ16の磁場強度を変化させるためのレンズ電流値の制御範囲と電流ステップ、及びスペクトルを電子線検出器13で計測するための露光時間を設定し、各測定条件をエネルギーフィルター制御部28に入力する。

【0061】（3）エネルギーフィルター制御部28は入力された条件に従い、レンズ電流値を設定しフォーカス調整用電磁レンズ16の磁場を設定し、（4）その後電子線検出器13では入射する電子線強度を設定した露光時間だけ計測する。（5）計測した電子線強度は演算部23に入力し、バックグラウンド補正や電子線検出器13のゲイン補正後メモリ部27に記憶される。

【0062】（6）その後メモリ部27から測定が完了したことが中央制御部29に入力されると、（7）フォーカス用電磁レンズ16を設定する新たな条件が、エネルギーフィルター制御部28に入力される。（8）以後新たなレンズ電流値でのスペクトル測定が行われる。

（9）このようにして、設定したレンズ電流値の範囲内で、スペクトルの半値幅が最も小さい条件、あるいは、かつスペクトル強度が最も大きい条件をメモリ部27に記憶したデータの中から選択し、その条件をエネルギーフィルター制御部28を通して、フォーカス調整用磁場レンズの電流値として設定する。

【0063】（スペクトルのエネルギー零点補正）電子線検出器13上の高エネルギー側に基準ピクセル位置40を決める。この操作は、装置の据え付け時などの初期に設定すればよく、試料をセットする毎に行う必要はない。基準ピクセル位置40とゼロロス電子のピーク位置が異なる場合、本実施例の場合操作者は、入力装置31



のモニター画面に表示された自動エネルギー零点補正用のボタンを選択すればよい。

【0064】自動エネルギー零点補正ボタンが選択されると、次の操作が制御装置26によって自動で処理され、スペクトルのエネルギー零点補正が完了する。以下エネルギー零点自動補正の詳細を図6に示し説明する。まず、(1)操作者からのエネルギー零点自動補正が入力装置31から選択されると、(2)中央制御部29では、ゼロロス電子を計測する測定条件、例えばドリフトチューブ19の電圧条件をエネルギーフィルター制御部28に入力し、(3)エネルギーフィルター制御部28はドリフトチューブ19に入力された電圧を設定する。

【0065】(4)電子線検出器13でゼロロス電子のピーク位置を計測した場合、電子線強度信号は演算部23に入力される。もし、ゼロロス電子が検出されない場合は、ドリフトチューブ19の電圧を変更し、再び電子線検出器13で計測する。ゼロロス電子が計測されるまでドリフトチューブ19の電圧を調整する。これら

(1)～(4)までの操作は、自動でゼロロス電子を検索する操作である。次に、(5)演算部23では、ゼロロス電子のピーク位置( $X_p$ チャンネルとする、図5参照)を、電子線検出器13上の基準ピクセル位置( $X_s$ とする)と比較し、両者のずれ量( $\delta X = X_p - X_s$ )を算出し、 $\delta X = 0$ であればエネルギー零点補正は完了する。

【0066】もし、 $\delta X$ がゼロでなければ、(6)演算部23で、スペクトルのエネルギー分散 $D$ (単位;  $eV$ /チャンネル)に基づき、ずれ量をスペクトルのエネルギー( $\delta E = D \times \delta X$  ( $eV$ ))に換算し、 $\delta E$ の値を中央制御部29へ入力し、(7)中央制御部29では、エネルギーずれ量 $\delta E$ を、電子線の電子顕微鏡、あるいはエネルギーフィルター内の電子の軌道を修正するために、エネルギーフィルター制御部で制御する制御因子に変換する。

【0067】具体的には、ドリフトチューブ19の電圧を $\delta E$ だけ加算すればよい。(8)変換された制御因子がエネルギーフィルター制御部28に入力されると、電子線源1、あるいはドリフトチューブ19が新たな条件で作動する。このような自動エネルギー零点補正を行うことにより、ゼロロス電子のピークは電子線検出器13上の基準ピクセル位置に一致する。

【0068】さらに、この調整後のドリフトチューブ電圧を見かけ上、 $0eV$ とすると、下記の測定条件の調整により印可するドリフトチューブ電圧が、電子エネルギー損失スペクトルの損失エネルギー( $eV$ )として直読できる。

【0069】(測定する元素に対応した測定条件の調整)操作者が指定した元素の電子エネルギー損失スペクトルを測定するために、測定元素毎に最適な測定条件の調整が必要であり、その調整は図7に示すように、次の

ようにして制御装置26を用いて自動で行う。

【0070】まず、(1)操作者が入力装置31のモニター画面に表示された元素を指定する。(2)中央制御部29では、入力された元素に対応するデータを、データベース部24に記憶されているEELSテーブルから入力する。窒素と酸素のEELSテーブルの一例を図8に示す。

【0071】テーブルには(a)元素番号、(b)元素名、(c)入射電子により励起される電子の内殻、(d)内殻電子の結合エネルギー(単位は $eV$ )、(e)スペクトル測定に最適なエネルギー分散値(単位は $eV/ch$ )が記憶されている。

【0072】(3)中央制御部29では、エネルギー零点補正後のドリフトチューブ19の電圧値( $V_0$ とする)を基準として、つまり、損失エネルギーを見かけ上 $0eV$ として、測定したい元素(この場合窒素)の結合エネルギーを参考に、ドリフトチューブ19に印可する電圧を決定する。例えば、結合エネルギーが $E_1$  ( $eV$ )の場合、 $V_0 + E_1$ ボルトの電圧が新たにドリフトチューブ19に印可される電圧となる。

【0073】また、スペクトル測定に最適なエネルギー分散を制御する拡大磁場レンズ15の設定電流値を決定する。(4)中央制御部29から、ドリフトチューブ19に印可する電圧や拡大磁場レンズ15の設定電流値がエネルギーフィルター制御部28に入力される。

【0074】次に、(5)測定条件の設定完了後、操作者が入力装置31のモニター画面に表示されたスペクトル測定開始ボタンを選択する。(6)設定された露光時間だけ電子線検出器13でスペクトル測定を行い、その結果が演算部23でバックグラウンド補正や電子線検出器13のゲイン補正後、メモリー部27でスペクトルが記憶され、スペクトルが表示装置25に表示される。

【0075】例えば、上記のような設定を行った後窒素の電子エネルギー損失スペクトルを測定すると、電子線検出器13上の基準ピクセル位置に、窒素のK殻電子の励起に起因したピークを観測することができる。

【0076】以上のように、操作者は分析元素を指定するボタンを押し、次にスペクトル測定開始のボタンを押すだけで、スペクトルを測定することができる。

【0077】(スペクトルのエネルギー補正処理とスペクトル測定)スペクトル測定時は、スペクトルのエネルギー補正や測定箇所との移動とを適宜操作者の設定に基づき次のようにして行う。スペクトルのエネルギー補正は、長時間に渡りスペクトル測定する場合や試料の複数箇所のスペクトルを測定する場合に用いる。スペクトル測定開始前に前述のスペクトルのエネルギー零点補正は行うが、測定が長時間要する場合、外部磁場等の外乱の影響で電子線の電子顕微鏡やエネルギーフィルター内の電子の軌道が変化することがある。

【0078】その場合、電子線検出器13の同一チャン



ネルで検出した電子線が異なるエネルギーを有することになり、再びスペクトルのエネルギー零点補正が必要となる。また、試料上の電子線を移動させると、電子線の軌道が変化し、同一エネルギーの電子線が電子線検出器13の異なるチャンネルに入射する。この場合も、電子線検出器13の同一チャンネルで検出した電子線が異なるエネルギーを有することになり、スペクトルのエネルギー零点補正が必要となる。

【0079】本実施例では、電子エネルギー損失スペクトル測定中であれば何時でもエネルギー零点補正を行うことができる。特に、制御装置26内のSTEM制御部30を用いて、試料上での電子線の位置が移動する度に、エネルギー零点補正を実施することができる。エネルギー零点補正は、前述のスペクトルのエネルギー零点補正と同様の手段で行う。

【0080】エネルギー零点補正を行うタイミングは、予め操作者がエネルギー零点補正を行う時間間隔や試料面上の電子線移動距離に応じて設定することができる。そして、エネルギー零点補正後のエネルギーフィルタ制御条件を新たな基準として、スペクトル測定を続ける。

【0081】スペクトルの位置ずれに対しては、上記のエネルギー零点補正以外に次のように行うこともできる。但し、これは電子線が試料上で同一場所に在る場合に限る。同一場所でスペクトルを測定しているために、スペクトルに現れるピークの位置、つまり損失エネルギーは同じであり、そのピークを検出する電子線検出器13のピクセル位置も同じである。

【0082】しかし、外部磁場等の外乱により、電子線検出器13上のスペクトルがエネルギー分散方向にシフトすると、スペクトルに現れたピークを検出する電子線検出器13のピクセルがずれる。ピークを検出するピクセル位置を、直前に測定したスペクトルの結果と比較することで、スペクトルのシフト量をピクセル単位でずれ量として計測する。

【0083】そのずれ量は、例えばドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11を制御する電圧もしくは電流値に変換し補正する。内殻電子を励起することにより電子エネルギー損失スペクトルに現れるコアロスピークは、通常、電子線強度の大きなバックグラウンドの上に小さなピークもしくは、エッジとして観測される。

【0084】このように小さいピークの電子線検出器13上でのピクセル位置を精度良く決定する手段として、本実施例では(1)得られたスペクトルを損失エネルギーで微分する、あるいは(2)縦軸を対数で表示することの選択が可能である。このようにスペクトルを測定することにより、高精度かつ高確度の電子エネルギー損失スペクトルを測定可能である。

【0085】(測定箇所の移動) 走査透過型電子顕微鏡では、試料に入射する電子線は直径約0.5nmあるいはそれ以下に絞られ、試料上を2次元に走査する。電子

線の走査は電子顕微鏡の電子線走査コイル3を使って制御され、電子線走査コイル3の制御は制御装置26で行う。本実施例の場合、操作者が測定前に設定した測定場所を順次移動しながら、電子線エネルギー損失スペクトルを測定する。

【0086】測定開始前に予め操作者が設定した場合には、測定場所を移動する度に、先に述べたエネルギー零点補正を行うことが可能である。以上の動作を図9に示し説明する。

【0087】中央制御部29はSTEM制御部30による試料上の電子線位置制御と、電子線検出器13のスペクトル測定とエネルギーシフト補正を行うタイミングを図9に示す。エネルギーシフト補正とスペクトル測定が完了するまで、STEM制御部から出力される信号レベルは一定であるため、電子線は試料上同一場所に留まる。

【0088】エネルギーシフト補正とスペクトル測定が完了すると、中央制御部29からSTEM制御部30に信号レベルを1ステップ上げるように命令が出力される。STEM制御部30の出力信号レベルが1ステップ上がることは、電子線が試料上を決められた距離だけ移動することに対応する。このような制御下で、測定箇所を移動しながらスペクトルを測定する。

【0089】データベース部24に含まれるコアロスピーク27の情報の例としては、鉄(Fe)の場合、L2殻の電子の結合エネルギーは721eV、L2殻の電子の結合エネルギーは708eVである。あるいは、EL2:721eVとEL3:708eVを含むエネルギー範囲として、600~800eVでもよい。また、エネルギー分散は0.3eV/chである。

【0090】本実施例では、電子線検出器13として、1個のマルチチャンネルプレートアレイを用いたが、2個のマルチチャンネルプレートアレイを用い、1個は電子エネルギー損失スペクトル測定に用い、残り1個はゼロロスが測定できるように配置され、マルチチャンネルプレートアレイ上でのゼロロスピーク位置の変化を常に検出し、もしゼロロスのピーク位置が基準ピクセル位置40からずれた場合には、ピーク位置を基準ピクセル位置に戻すように、制御装置26を用いてエネルギー補正を行えばよい。

【0091】このようにゼロロスピークを常に基準ピクセル位置40と一致するように補正を行うことにより、スペクトルシフトが生じることがなく正確な位置にピークが現われ、高確度の測定が行える。

【0092】次に、本発明の第2の実施例の詳細について説明する。図10(a)は測定する試料の概略を示した図である。試料は材料A(構成元素;A)/構成元素が未知の材料(但し、実際は構成元素;Bとする)/材料C(構成元素;C)の積層構造であり、図10(a)に示すように材料A→材料B→材料Cの各材料上をライ

ン分析する場合である。

【0093】操作者は、(1)測定するラインの始点と終点を指定し、(2)分析元素あるいは測定するエネルギー範囲の指定処理に関与すれば良く、制御装置26では、(3)スペクトルのエネルギー補正処理→(4)スペクトル測定→(5)試料上での電子線位置の制御→(3)、の操作を、電子線が操作者の指定した終点に到達するまで連続して行う。

【0094】スペクトル測定中は、常にエネルギーシフトの有無を検出し、もしスペクトルのエネルギーがシフトした場合そのずれ量を検出し、スペクトルの分散に基づきスペクトルずれ量を、電子線検出器13上でのスペクトル位置を制御するドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11、あるいは電子線源1を制御する電圧もしくは電流値に変換し、スペクトルずれ量を補正する。

【0095】このようにスペクトルを測定することにより、高精度かつ高確度の電子エネルギー損失スペクトルを測定可能である。

【0096】本実施例の装置を用いて、測定した一例を図10(b)に示す。電子線が材料A、B、Cそれぞれの上に位置するときの電子エネルギー損失スペクトルは、図10(b)に示すようにエネルギーa、b、cの位置にピークが現われ、そのピーク位置の測定確度は0.25 eVである。図10(c)、(d)は外乱等で正確に測定できなかった例を示す。

【0097】また、本発明の装置を用いれば、電子線検出器13上にゼロロスピークが現われていない場合でも、エネルギー補正することができる。この処理の手順は図6の(122)自動ゼロロス電子検索に示す通りである。

【0098】操作者は例えば、自動ゼロロスピーク検索を実行するボタンを押す操作だけでよく、制御装置26は、(1)最も大きなピーク(ゼロロスピーク)の位置を検出する。もし(1)'最も大きなピーク(ゼロロスピーク)が電子線検出器13上に無い場合には、電子線検出器13上にゼロロスピークが現われるように、ドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11を制御し、(2)電子線検出器13の基準ピクセル位置と、(1)又は(1)'の操作で現われたゼロロスピーク位置のずれ量を検出し、(3)ずれ量を補正するように、スペクトルの分散に基づいてドリフトチューブ19、あるいは磁場セクター11を制御する。

【0099】このように制御装置26を制御することで、操作者は1回の操作でゼロロスピークの位置を自動的に補正を行うことができる。また、電子線検出器13上にゼロロスピークが現れていない場合でも、ゼロロスピークを自動的に検出し電子線検出器13上に移動させ、かつエネルギー補正を行うことができる。

【0100】上述の自動ゼロロスピーク検索を実行する

ボタンは、操作者が操作する際のキーボードまたは専用のボタンとして設けられている。このボタンを押すことにより、上述したような処理が制御装置26で実行される。

【0101】さらに、電子線検出器のピクセル数が1024チャンネル、電子エネルギー損失スペクトルの分散が1チャンネル当たり0.25 eVの場合、電子線検出器で検出可能なエネルギー幅は256 eVとなる。1個の電子線検出器で一度に検出できるエネルギー幅の制限から、256 eV以上のエネルギー損失した電子のスペクトル測定を行う場合、ゼロロスピークを用いたエネルギー補正とスペクトル測定を交互に1個の電子線検出器で行う必要がある。

【0102】しかし、2個の電子線検出器を用いれば、1個はゼロロスピークを検出しエネルギー補正を行い、残り1個は電子エネルギー損失スペクトルの測定を行うことができる。

【0103】また、2個の電子線検出器の内、1個はゼロロスピークを用いたエネルギー補正を行い、残り1個は電子エネルギー損失スペクトルを形成する電子線強度を各ピクセル毎に検出し、予め指定した複数のエネルギー範囲の電子線強度を用いて演算を行い、その演算結果を画像表示することによりエネルギー補正を行いながら、高精度のエネルギー分解能の元素分布像観察することが可能となる。

【0104】前述の演算とは、内殻励起電子によるコアロスピーク部分のバックグラウンドを差し引く演算であったり、コアロスピーク部分の電子線強度をそれより低損失エネルギーの電子線強度で割る演算のことである。

【0105】

【発明の効果】本発明によれば、電子エネルギー損失スペクトル装置を備えた電子顕微鏡において、高精度な電子エネルギー損失スペクトルを取得可能な装置および方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は本発明の実施例の主要部分の概略構成図、(b)は、電子エネルギー損失スペクトルとそれを検出する電子線検出器の関係を示す図である。

【図2】電子エネルギー損失スペクトルを得るための処理の一例を示す図である。

【図3】電子エネルギー損失スペクトルのフォーカスが未調整及び調整された状態の一例を示す図である。

【図4】自動で電子エネルギー損失スペクトルのフォーカスを調整するための処理の一例を示す図である。

【図5】ゼロロス電子のピーク位置と電子線検出器の基準ピクセル位置の関係を一例を示す図である。

【図6】自動で電子エネルギー損失スペクトルのエネルギーシフトを調整するための処理の一例を示す図である。

【図7】操作者が選択した元素の電子エネルギー損失ス

ベクトルを測定するための測定条件を調整するための処理の一例を示す図である。

【図8】EELSテーブルに記憶されたデータの一例を示す図である。

【図9】試料上の電子線位置を移動させながら電子エネルギー損失スペクトルを測定するための、STEM制御部の信号レベルと、スペクトル測定及びエネルギーシフト補正を行うタイミングの関係の一例を示す図である。

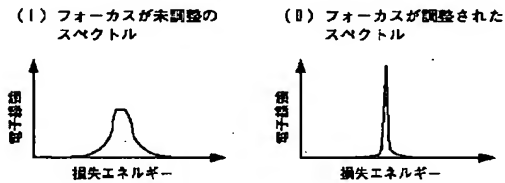
【図10】積層された材料の概略図と、材料上の2点間を連続して電子エネルギー損失スペクトルを測定した一例を示す図である。

【符号の説明】

1…電子線源、2…電子線、3…電子線走査コイル、4…対物レンズ上部磁場、5…試料、6…対物レンズ下部磁場、8…投影レンズ、10…物点、11…磁場セクター、12…エネルギー分散面、13…電子線検出器、15…拡大磁場レンズ、16…フォーカス調整用電磁レンズ、18…EELSスペクトル、19…ドリフトチューブ、20…2次電子検出器、21…Zコントラスト検出器、23…演算部、24…データベース部、25…画像／スペクトル表示部、26…制御装置、27…メモリー部、28…エネルギーフィルタ制御部、29…中央制御部、30…STEM制御部、31…入力装置、40…電子線検出器13の基準ピクセル位置。

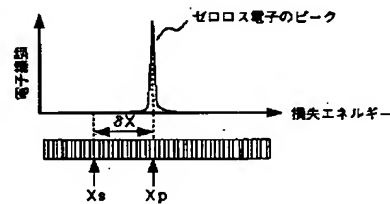
【図3】

図 3



【図5】

図 5



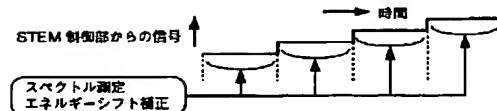
【図8】

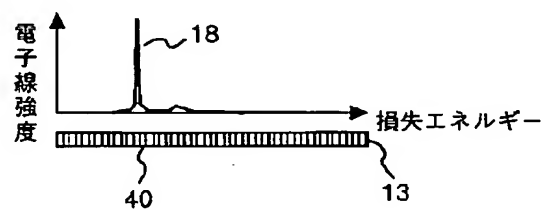
図 8

元素番号	元素記号	内殻	結合エネルギー (eV)	分散 (eV/ch)
7	N	K	400	0.3
8	O	K	532	0.3

【図9】

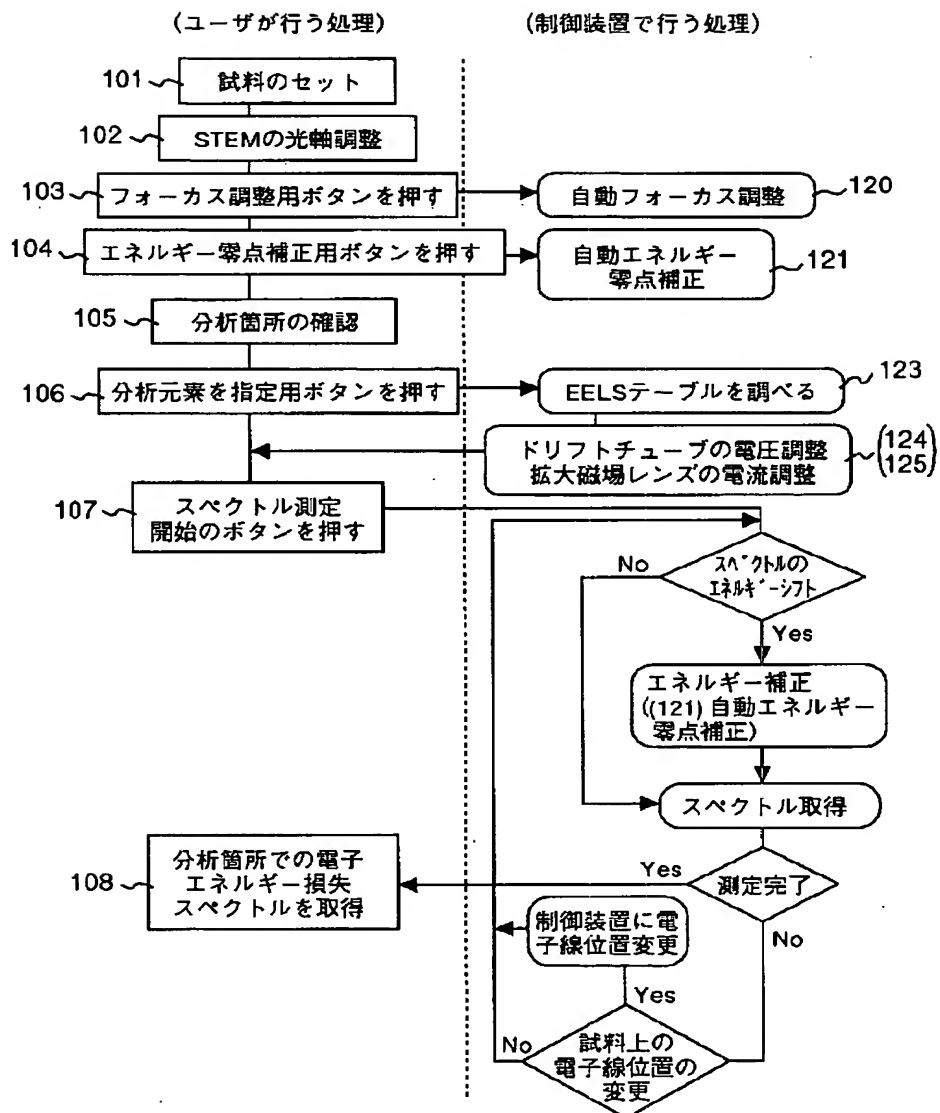
図 9





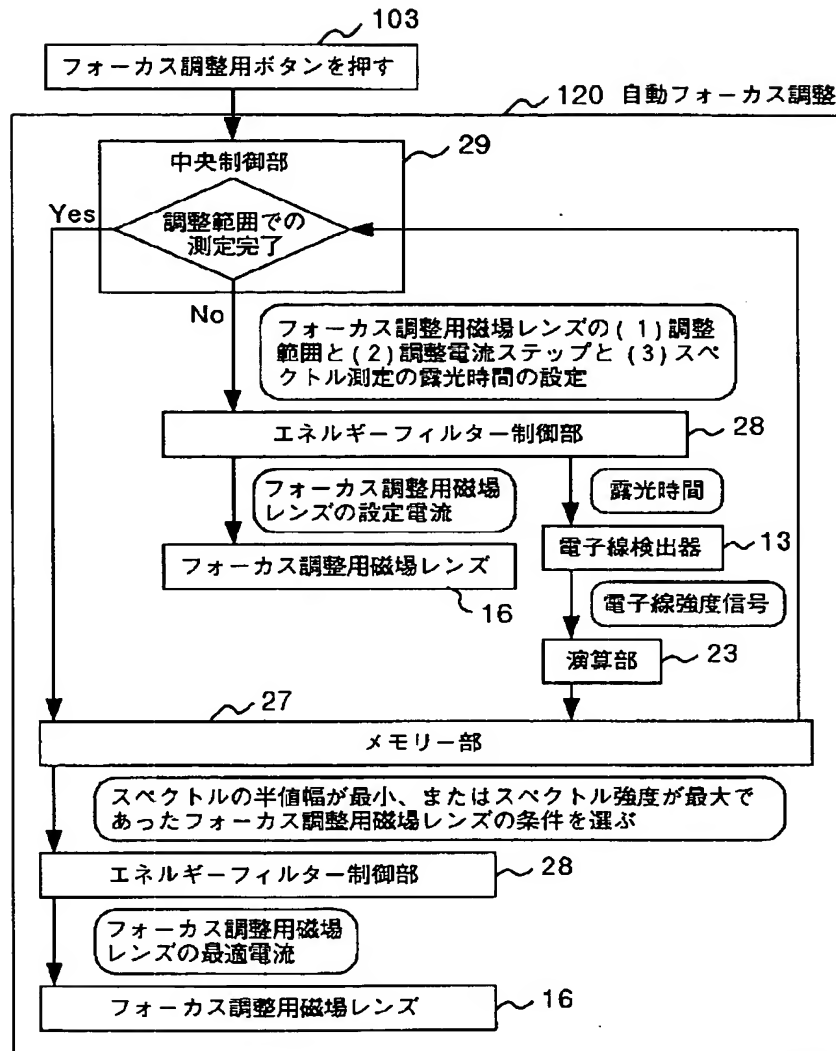
【図2】

図 2



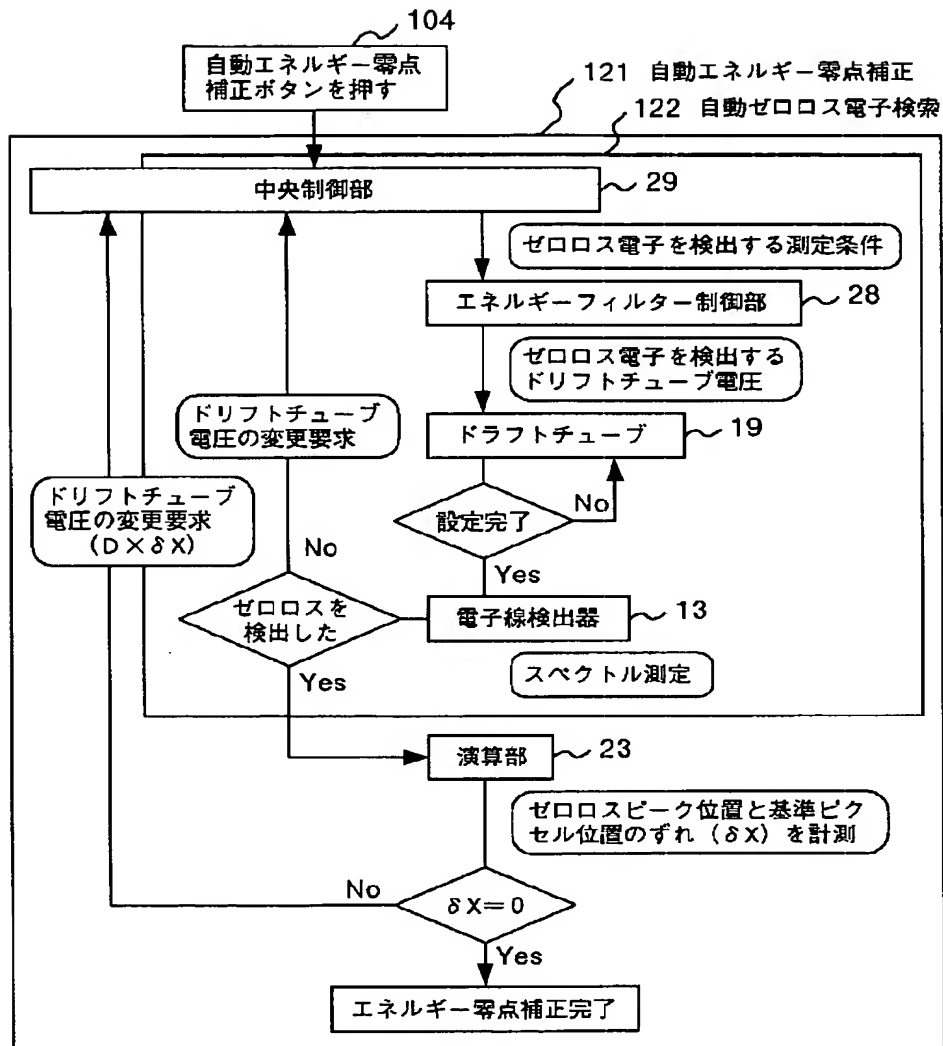
【図4】

図 4



【図6】

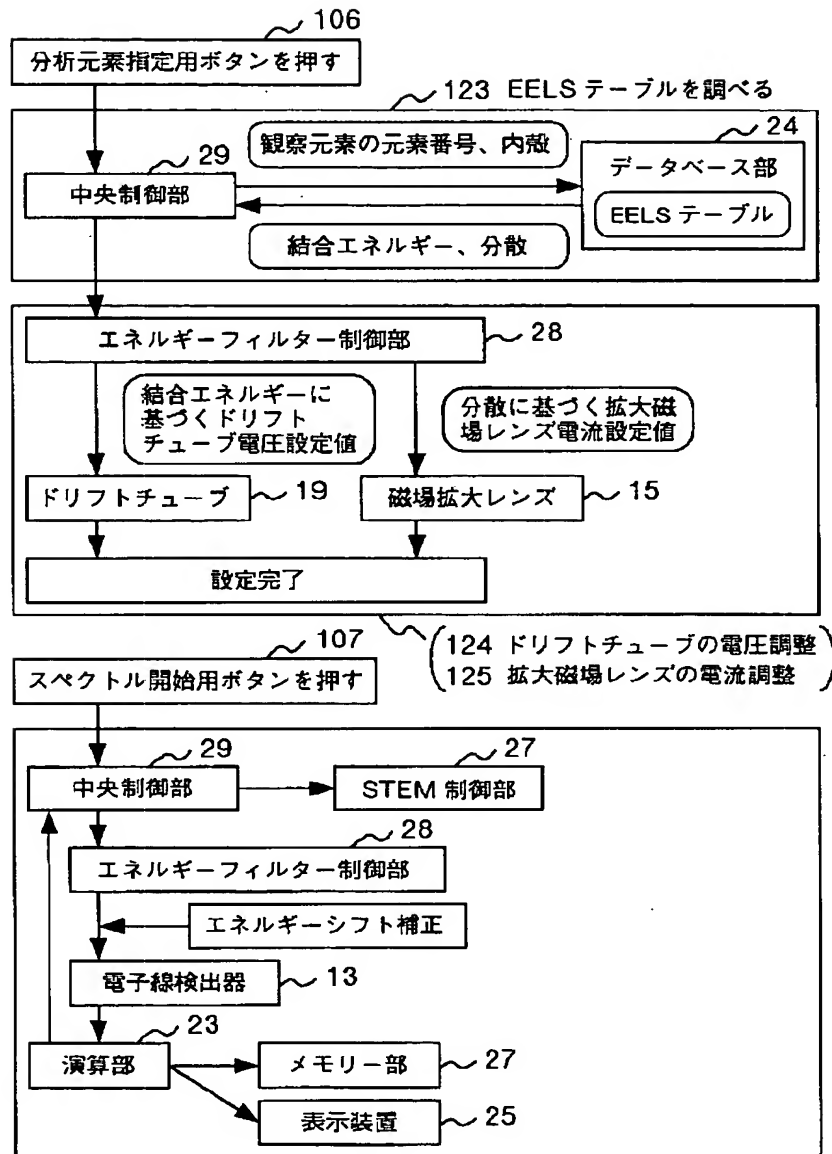
図 6





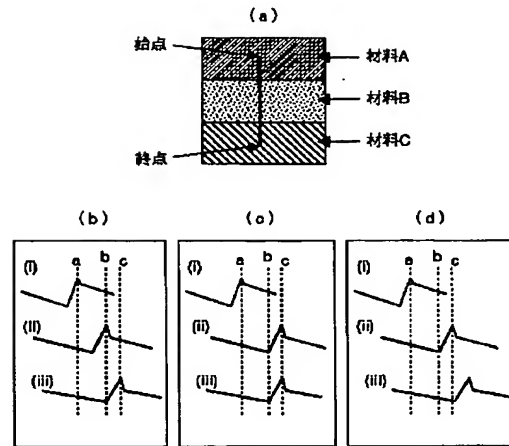
【図7】

図 7



【図10】

図 10



フロントページの続き

(72)発明者 田谷 俊陸  
茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株  
式会社日立ハイテクノロジーズ設計・製造  
統括本部那珂事業所内

(72)発明者 砂子沢 成人  
茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株  
式会社日立ハイテクノロジーズ設計・製造  
統括本部那珂事業所内

Fターム(参考) 2G001 AA03 BA12 CA03 DA01 DA02  
DA09 EA04 FA08 FA09 GA01  
GA06 JA01 NA03  
5C033 EE03 EE04 SS01 SS04 SS07  
SS08